



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

固体废物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法

Solid Waste —Determination of Organophosphorous and Pyrethroid Pesticide— Gas
Chromatography/Mass Spectrometry

(征求意见稿)

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	5
8 结果计算与表示.....	7
9 精密度和准确度.....	9
10 质量保证和质量控制.....	9
11 废物处理.....	10
12 注意事项.....	10
附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限	11
附录 B（资料性附录） 目标化合物的特征离子	15
附录 C（资料性附录） 参考谱图	17
附录 D（资料性附录） 方法精密度和准确度	19

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物及其浸出液中有机磷、菊酯类等49种农药的监测方法，制定本标准。

本标准规定了固体废物及其浸出液中有机磷、菊酯类等49种农药的气相色谱-质谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录A为规范性附录，附录B、附录C和附录D为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：浙江省环境监测中心、环境保护部环境标准研究所。

本标准参与验证单位：江苏省环境监测中心、湖北省环境监测中心站、杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心、绍兴市环境监测中心站、嘉兴市环境保护监测站。

本标准环境保护部201□年□□月□□日批准。

本标准自201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固体废物 有机磷农药和菊酯类农药的测定

气相色谱—质谱法

1 适用范围

本标准规定了固体废物及其浸出液中有机磷、菊酯类等 49 种农药的气相色谱-质谱法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定。

当固体废物取样量为 10.0 g 时，目标物的方法检出限为 0.2~1.4 mg/kg，测定下限为 0.8~5.6 mg/kg。当固体废物浸出液取样体积为 500 ml 时，目标物的方法检出限为 5.8~23.0 μ g/L，测定下限为 23.2~92.0 μ g/L。详见附录 A。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 20	工业固体废物采样制样技术规范
HJ/T 298	危险废物鉴别技术规范
HJ/T 299	固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法
HJ/T 300	固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法

3 方法原理

固体废物样品采集后，取湿样分析，采用适合的萃取方法（索氏提取、加压流体萃取等）提取，提取液经浓缩、净化、定容后经气相色谱—质谱分离和测定，用于固废中有机磷、菊酯类及杂环类农药全量的分析。固废浸出取原样进行固废浸出试验，得到的固废浸出液经液液萃取后浓缩、定容，经气相色谱质谱仪分离、检测，用于测定浸出液中农药组分含量。根据保留时间、碎片离子质荷比及不同离子丰度比定性，内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

4.1 实验用水：二次蒸馏水或纯水设备制备的水。使用前需经过空白试验检验，确认在目标化合物的保留时间区间内没有干扰色谱峰出现或其中的目标化合物低于方法检出限。

4.2 丙酮（ C_3H_6O ）：农残级。

4.3 甲苯（ C_7H_8 ）：农残级。

- 4.4 正己烷 (C₆H₁₄): 农残级。
- 4.5 甲醇 (CH₄O): 农残级。
- 4.6 二氯甲烷 (CH₂Cl₂): 农残级。
- 4.7 乙腈 (C₂H₃N): 农残级。
- 4.8 正己烷-丙酮混合液: 1+1(v/v)。
- 4.9 乙腈-甲苯混合液: 3+1(v/v)。
- 4.10 无水硫酸钠 (Na₂SO₄): 优级纯。660 °C焙烧 6 h, 待冷却至 150 °C后, 转移至干燥器中, 冷却后装入试剂瓶中, 于干燥器中保存。
- 4.11 硅藻土: 粒状硅藻土, 30 目, 使用前应对其进行净化处理, 具体方法: 于 400 °C下烘烤 4 h, 或用二氯甲烷 (4.6) 进行提取净化, 使用前需验证硅藻土不存在干扰物。
- 4.12 石墨化炭黑填料小柱: 6 ml, 0.5 g 或者相当。
- 4.13 氨丙基键合硅胶填料小柱: 3 ml, 0.5 g 或者相当。
- 4.14 氮气: 高纯氮气。
- 4.15 氦气: 纯度≥99.999%。
- 4.16 标准贮备液: 可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制。贮备液于-20 °C避光保存。有机磷和杂环类农药 ρ=500 mg/L; 菊酯类农药 ρ=50 mg/L。
- 4.17 标准使用液: 用甲苯 (4.3)、正己烷 (4.4) 或二氯甲烷 (4.6) 稀释标准贮备液 (4.16), ρ=5~50 mg/L, 保存期一般为三个月, 于-20 °C避光保存。按照农药及相关化学品的保留时间以及农药的类别性质, 将农药分成 2 组, 其中 A 组主要包括 10 种菊酯类农药, B 组包括 39 种有机磷农药和杂环类农药。具体化合物名称见附录 B。
- 4.18 内标标准溶液: 可以选择四氯间二甲苯 (TCMX) 作为内标溶液, ρ=100 mg/L, 可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制。在满足方法要求且不干扰目标化合物测定的前提下, 也可使用其它内标。
- 4.19 内标使用液: ρ=10 mg/L。
- 4.20 质谱调谐溶液: 十氟三苯基磷 (DFTPP), ρ=5 mg/L。可直接购买市售有证标准溶液, 或用标准物质制备, 用二氯甲烷 (4.6) 稀释。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱质谱联机: 气相色谱部分具有分流/不分流进样口, 可程序升温。质谱部分具有电子轰击电离 (EI) 源。

- 5.2 索氏提取器：或可采用其它性能相当提取装置。
- 5.3 加压流体萃取：或可采用其它性能相当提取装置。
- 5.4 浓缩设备：旋转蒸发浓缩器、氮吹仪以及其它性能相当的浓缩装置。
- 5.5 凝胶色谱仪：具紫外检测器，净化柱填料为Bio-Beads，或同等规格的填料。
- 5.6 固相萃取设备：手动或自动。
- 5.7 棕色玻璃瓶：500 ml、1 000 ml。
- 5.8 分液漏斗：A级，500 ml、1 000 ml。
- 5.9 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 采集与保存

按照HJ/T 20和HJ/T 298的相关规定进行固体废物样品的采样。样品保存在事先清洗洁净、并用有机溶剂处理、不存在干扰物的磨口棕色玻璃瓶中。运输过程中应密封避光、冷藏保存，尽快送至实验室进行分析。如暂不能分析应在4℃以下冷藏保存，7 d内完成前处理。

6.2 试样的制备

6.2.1 固体废物试样的制备

采集的样品，一部分用正己烷-丙酮混合液（4.8）进行提取，可以选择索氏提取或加压流体萃取，或者在满足样品提取效率的情况下选择其它合适的提取方法。提取液经浓缩设备（5.4）浓缩后采用小柱净化或者凝胶渗透色谱净化，收集净化后样品，用浓缩设备（5.4）浓缩至1 ml以下，加入内标，定容至1.0 ml。转移到样品瓶中待分析。样品提取液在4℃以下冷藏保存，30日内完成分析。

6.2.1.1 萃取

6.2.1.1.1 索氏提取法

称取一定量的固废原样加入足量无水硫酸钠（4.10）混匀干燥后，放入索氏提取器（5.2）的提取杯中，用200~300 ml的正己烷-丙酮混合液（4.8）提取8小时以上，待冷却后，将提取液浓缩定容至5 ml（根据情况可以进行溶剂转换），待净化分析。

6.2.1.1.2 加压流体萃取

在小烧杯中称取一定量固废原样加入足量硅藻土（4.11）混匀干燥后，将样品转移至萃取池中。推荐的萃取条件，压力1 500 psi，温度120℃，提取溶剂正己烷-丙酮混合液（4.8），

100%充满萃取池模式，高温高压静置 5 min，循环三次。提取后的样品按 6.2.1.1.1 方法浓缩定容。

6.2.1.2 提取液的净化

6.2.1.2.1 凝胶渗透色谱净化

凝胶渗透色谱净化主要用于清除提取液中高分子干扰物，使用之前首先用校正液进行校正，收集玉米油流出峰 85%之后至硫最大峰高处之前的流动相。将 5.0 ml 的提取液装载于凝胶渗透色谱上，按照设定程序用二氯甲烷（4.6）进行淋洗，也可以用其它适合的溶剂进行淋洗。

收集淋洗液用浓缩设备（5.4）浓缩到 5 ml 以下，氮吹浓缩至 1 ml 以下，加入内标后定容至 1.0 ml，待仪器分析。

6.2.1.2.2 固相萃取柱净化

将提取液继续浓缩至 1.0 ml 用于固相萃取柱净化。在石墨化炭黑小柱（4.12）中加入 1 g 无水硫酸钠（4.10），下面串接氨丙基键合硅胶小柱（4.13）。使用前用 4 ml 乙腈-甲苯混合液（4.9）预淋洗串联柱。转移样品至净化柱上，用 25 ml 乙腈-甲苯混合液（4.9）淋洗。收集淋洗液浓缩至 1 ml 以下，加入内标物，定容至 1.0 ml，待仪器分析。

6.2.1.2.3 其它净化方法

在满足本方法质量控制要求的情况下，可以使用其它自动或者手动净化方法。

6.2.2 浸出液试样的制备

取一定量样品，根据 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的相关要求进行固体废物样品浸出试验，浸出液于棕色玻璃瓶（5.7）中保存。浸出液在 4 °C 以下冷藏保存，分析浸出液中有机磷农药需在 2 天内完成萃取，分析浸出液中菊酯类及其它农药需在 7 天内完成萃取。

分取 500 ml 的浸出液于分液漏斗（5.8）中，每次用 100 ml 的二氯甲烷（4.6）萃取，共萃取三次，萃取液经无水硫酸钠（4.10）脱水后收集于烧瓶中，按照 6.2.1.1.1 方法浓缩定容。提取液在 4 °C 以下冷藏保存，30 日内完成分析。

6.3 空白试样的制备

在分析固体废物样品的同时，不加入实际样品，按照与试样制备（6.2.1）相同操作步骤，制备固体废物空白试样。在分析固体废物浸出液样品的同时，不加入实际水样，按照与试样制备（6.2.2）相同操作步骤，制备固体废物浸出液空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考条件

7.1.1 气相色谱仪参考条件

推荐气相色谱条件如下：

程序升温：40 °C保持1 min，以30 °C/min升温至130 °C，再以5 °C/min升温至250 °C，再以10 °C/min升温至280 °C，保持5 min。进样口温度：270 °C。载气：氦气；流速：1.4 ml/min。

色谱柱：石英毛细管柱，长30 m，内径0.32 mm，膜厚0.25 μm，固定相为14%氰丙基苯基—86%二甲基聚硅氧烷，或其它等效的色谱柱。

7.1.2 质谱参考条件

离子源：EI源；离子源温度：230 °C；接口温度：280 °C。离子化能量：70 eV；扫描方式：选择离子（SIM）扫描。溶剂延迟：4.3 min；电子倍增电压：与调谐电压一致；其余参数参照仪器使用说明书进行设定。

7.2 质谱仪的校正

在每天分析之前，GC/MS系统必须进行仪器性能检查。进1 μl质谱调谐溶液(4.20)，GC/MS系统得到的DFTPP关键离子丰度应满足表1中规定的标准，否则需对质谱仪的一些参数进行调整或清洗离子源。

表1 十氟三苯基磷（DFTPP）离子丰度标准

质荷比	离子丰度标准	质荷比	离子丰度标准
51	强度为198碎片的30-60%	199	强度为198碎片的5-9%
68	强度为69碎片的2%	275	强度为198碎片的10-30%
70	强度为69碎片的2%	365	强度大于198碎片的1%
127	强度为198碎片的40-60%	441	存在但不超过443碎片的强度
197	强度为198碎片的1<%	442	强度大于198碎片的40%
198	基峰，相对强度100%	443	强度为442碎片的17-23%

7.3 SIM测定操作

7.3.1 按照所定技术条件设定GC/MS。

7.3.2 导入质量校正用标准物质或连续校正标准，待校正结果偏差合乎规范要求后，进行样品测定。

7.3.3 按照设定的质量数记录色谱图。

7.3.4 测定结束后，对每个样品确认有没有干扰成分。不同目标物是否很好地分离。

7.4 标准曲线的制作

7.4.1 标准溶液的配制

配制5个不同浓度的标准系列：5.0、10.0、20.0、30.0、50.0 mg/L。向5个标准溶液中加入一定量内标物质，使其中内标物质四氯间二甲苯（TCMX）浓度均为10.0 mg/L，也可以使用其它合适的内标物质，根据保留时间就近原则。

7.4.2 峰面积强度比确认

从得到的色谱图上，确认各个标准物质对应的两个或两个以上监测离子的峰面积强度比是否符合该物质的离子强度比。

7.4.3 用平均相对响应因子计算

标准系列第 i 个目标物的相对响应因子 (RRF_i)，按照公式 (1) 计算：

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{C_{ISi}}{C_i} \quad (1)$$

式中：

RRF_i ——标准系列中第 i 个目标物的相对响应因子；

A_i ——标准系列中第 i 个目标物的峰面积；

A_{ISi} ——内标物的峰面积；

C_{ISi} ——内标物的浓度，mg/L；

C_i ——标准系列中第 i 个目标物的浓度，mg/L。

目标物的平均相对响应因子 \overline{RRF} ，按照公式 (2) 计算：

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (2)$$

式中：

\overline{RRF} ——目标物的平均相对响应因子；

RRF_i ——标准系列中第 i 点目标物的相对响应因子；

n ——标准系列点数，5。

RRF 的标准偏差 (SD)，按照公式 (3) 计算：

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n-1}} \quad (3)$$

RRF 的相对标准偏差 (RSD), 按照公式 (4) 计算:

$$RSD = \frac{SD}{RRF} \times 100\% \quad (4)$$

标准系列目标物的相对响应因子的相对标准偏差 (RSD) 应小于等于 20%。

7.5 测定

7.5.1 标准曲线确认

对制作标准曲线的标准溶液按照 7.3 的 SIM 测定要求进行操作, 计算各个目标物的响应因子 RRF_i 和相对标准偏差, 确认各目标物的响应因子的相对标准偏差变化值在 $\pm 20\%$ 以内。

若标准系列中某个目标物相对响应因子的相对标准偏差大于 20%, 则此目标物需要用最小二乘法校准曲线进行校准, 以目标物与内标物的浓度比为横坐标, 不同浓度目标物的峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标, 制作校准曲线。

7.5.2 样品测定

将处理好的实际样品加入一定量的内标, 按照 7.3 的 SIM 测定程序进行操作。

7.5.3 灵敏度变化检查

选择标准曲线的中间浓度点, 按照一定的周期 (每天至少一次) 按照 7.3 的 SIM 测定程序进行操作, 计算各个化合物的响应因子 RRF_i , 与标准曲线进行对比, 确认变化值在 $\pm 20\%$ 以内, 如果超过这个范围, 应查找原因, 重新测定。如果保留时间在一天内变化超过 $\pm 5\%$, 或者与内标物的相对保留时间在 $\pm 2\%$ 以上, 应查找原因, 重新测定。

7.5.4 空白试验

在分析样品的同时应做空白试验, 即不加实际样品, 按相同步骤分析, 检查分析过程中是否有污染。

8 结果计算与表示

8.1 定性

根据样品中目标物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性。

样品中目标化合物的保留时间与标准溶液保留时间的相对偏差应控制在 $\pm 3\%$ 以内; 样品中目标化合物的不同选择离子丰度比与标准溶液中不同选择离子丰度比的相对偏差应控制在

±30%以内。

8.2 定量

8.2.1 提取液中目标物的浓度计算

8.2.1.1 用平均相对响应因子计算

$$C_{ex} = \frac{A_x \times C_{IS}}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (5)$$

式中：

C_{ex} ——提取液中目标物的浓度，mg/L；

A_x ——目标物的峰面积；

A_{IS} ——内标物的峰面积；

C_{IS} ——内标物的浓度，mg/L；

\overline{RRF} ——目标物的平均相对响应因子。

8.2.1.2 用校准曲线计算

当目标物采用校准曲线进行校准时，提取液中目标物浓度 C_{ex} 通过校准曲线计算。

8.2.2 样品中目标物的浓度计算

8.2.2.1 固体废物样品中目标物的浓度计算

$$C_x = \frac{C_{ex} \times V}{M} \quad (6)$$

式中：

C_x ——样品浓度，mg/kg；

C_{ex} ——提取液中目标物浓度，mg/L；

V ——定容体积，ml；

M ——样品湿重，g。

8.2.2.2 浸出液中目标物的浓度计算

$$C_x = \frac{C_{ex} \times V_1}{V_2} \quad (7)$$

式中：

C_x ——样品浓度，mg/L；

C_{ex} ——提取液中目标物浓度，mg/L；

V_1 ——定容体积，ml；

V_2 ——浸出液取样量，ml。

8.3 结果的表示

8.3.1 固体废物样品，当测定结果小于 1.00 mg/kg 时，结果保留至小数点后两位；当测定结果大于等于 1.00 mg/kg 时，保留 3 位有效数字。

8.3.2 固体废物浸出液样品，当测定结果小于 1.00 $\mu\text{g/L}$ 时，结果保留至小数点后两位；当测定结果大于等于 1.00 $\mu\text{g/L}$ 时，保留 3 位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

6 家实验室分别对固体废物样品中农药含量为 1.0 mg/kg 和 5.0 mg/kg 的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.04%~39.2%，0.068%~49.02%；实验室间相对标准偏差分别为 4.36%~64.5%，3.90%~116%；重复性限分别为 0.109 ~0.596 mg/kg，0.283 ~ 2.19 mg/kg；再现性限分别为 0.187 ~1.16 mg/kg，0.613 ~6.63 mg/kg。

6 家实验室分别对固体废物浸出液中农药含量为 20 $\mu\text{g/L}$ 和 100 $\mu\text{g/L}$ 的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为 1.06%~8.11%，3.10%~42.4%；实验室间相对标准偏差分别为 5.95%~49.1%，4.31%~50.8%；重复性限分别为 4.43 ~12.3 $\mu\text{g/L}$ ，6.89 ~25.9 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 5.02 ~23.7 $\mu\text{g/L}$ ，15.9 ~121 $\mu\text{g/L}$ 。

9.2 准确度

6 家实验室对固体废物基体加标样品进行了测定，样品加标量分别为 1.0 mg/kg 和 5.0 mg/kg，加标回收率范围分别为 51.8%~121%，35.7%~89.2%。

6 家实验室对固体废物浸出液基体加标样品进行了测定，样品加标量分别为 20 $\mu\text{g/L}$ 和 100 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率范围分别为 70.2%~105%，76.0%~104%。

10 质量保证和质量控制

10.1 每批样品分析之前或 24 小时之内，必须进行仪器性能检查。

10.1.1 初始校准

各目标物的响应因子的相对标准偏差变化值在 $\pm 20\%$ 以内。

10.1.2 连续校准

每测定20个样品测定一个校准曲线中间点浓度的标准溶液，测定值与校准曲线改点浓度的相对误差应 $\leq 20\%$ ，否则应建立新的标准曲线。

10.2 样品测定

10.2.1 空白实验

每批样品（以20个样品为一批次）需要至少分析一个实验室空白。

空白实验分析结果应满足如下任一条件的最大者：

- (1) 目标物浓度小于方法检出限；
- (2) 目标物浓度小于相关环保标准限值的5%；
- (3) 目标物浓度小于样品分析结果的5%。

如不能满足上述条件，需重新更换试剂、清洗分析器具，重新调整分析仪器。

10.2.2 平行样和基体加标

每批次样品（最多20个）应至少选择一个样品进行平行样测试和基体加标测试，80%以上目标物平行样分析结果相对偏差应在25%范围之内，绝大部分目标化合物的基体加标回收率应在60%-130%之间。

11 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集，并送具有资质的单位集中处理。

12 注意事项

12.1 采集到的样品应保存在密闭容器内，样品储存和运输过程中要避光。

12.2 凝胶渗透色谱净化处理前，应确保提取液无悬浊液。

12.3 试验使用的溶剂、气体、玻璃器皿和其它处理设备都可能会给测定带来干扰，因此，必须进行空白试验，如不能满足要求，必须更换相应耗材或对系统进行清洗。

12.4 分析完高浓度样品后要多进几针空白样，检查交叉污染。

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

表 A.1 和 A.2 给出了固体废物和固体废物浸出液中目标化合物的方法检出限和测定下限。

表 A.1 固体废物方法检出限和测定下限

序号	化合物	检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	反式丙烯菊酯	0.4	1.6
2	联苯菊酯	0.2	0.8
3	胺菊酯	0.4	1.6
4	甲氰菊酯	0.2	0.8
5	除虫菊酯	1.4	5.6
6	氯菊酯	0.2	0.8
7	顺式氯氟氰菊酯	0.6	2.4
8	氯氰菊酯	0.5	2.0
9	氰戊菊酯	0.4	1.6
10	溴氰菊酯	0.4	1.6
11	敌敌畏	0.3	1.2
12	速灭磷	0.4	1.6
13	内吸磷	0.6	2.4
14	虫线磷	0.3	1.2
15	灭克磷	0.3	1.2
16	甲拌磷	0.4	1.6
17	治螟磷	0.4	1.6
18	二嗪农	0.3	1.2
19	乙拌磷	0.3	1.2
20	乐果	0.4	1.6
21	皮蝇磷	0.5	2.0
22	毒死蜱	0.3	1.2
23	甲基对硫磷	0.4	1.6
24	毒壤磷	0.6	2.4
25	安硫磷	0.6	2.4
26	倍硫磷	0.3	1.2
27	马拉硫磷	0.5	2.0
28	粉锈宁	0.3	1.2
29	对硫磷	0.4	1.6
30	育畜磷	0.6	2.4
31	甲拌磷砒	0.4	1.6
32	灭蚜磷	0.4	1.6
33	丙硫磷	0.3	1.2
34	脱叶亚磷	0.4	1.6

35	乐本松	0.5	2.0
36	地胺磷	0.9	3.6
37	三硫磷	0.4	1.6
38	增效醚	0.6	2.4
39	锐劲特	0.5	2.0
40	丰索磷	0.5	2.0
41	倍硫磷砒	0.5	2.0
42	硫丹硫酸酯	0.3	1.2
43	溴螨酯	0.3	1.2
44	溴苯磷	0.6	2.4
45	苯硫磷	0.7	2.8
46	苯线磷亚砒	0.9	3.6
47	苯线磷砒	0.8	3.2
48	吡啶硫磷	0.8	3.2
49	蝇毒磷	0.7	2.8

表 A.2 固体废物浸出液方法检出限和测定下限

序号	化合物	检出限 (µg/L)	测定下限 (µg/L)
1	反式丙烯菊酯	6.7	26.8
2	联苯菊酯	7.1	28.4
3	胺菊酯	6.4	25.6
4	甲氰菊酯	5.8	23.2
5	除虫菊酯	13.3	53.2
6	氯菊酯	10.2	40.8
7	顺式氯氟氰菊酯	7.2	28.8
8	氯氰菊酯	9.0	36.0
9	氰戊菊酯	10.0	40.0
10	溴氰菊酯	8.5	34.0
11	敌敌畏	9.7	38.8
12	速灭磷	12.2	48.8
13	内吸磷	10.7	42.8
14	虫线磷	7.1	28.4
15	灭克磷	7.2	28.8
16	甲拌磷	7.5	30.0
17	治螟磷	7.1	28.4
18	二嗪农	6.7	26.8
19	乙拌磷	7.3	29.2
20	乐果	10.9	43.6
21	皮蝇磷	6.4	25.6
22	毒死蜱	6.5	26.0
23	甲基对硫磷	8.7	34.8
24	毒壤磷	7.2	28.8
25	安硫磷	7.0	28.0
26	倍硫磷	6.5	26.0
27	马拉硫磷	9.5	38.0
28	粉锈宁	6.7	26.8
29	对硫磷	9.0	36.0
30	育畜磷	18.2	72.8
31	甲拌磷砒	8.1	32.4
32	灭蚜磷	7.3	29.2
33	丙硫磷	6.7	26.8
34	脱叶亚磷	7.4	29.6
35	乐本松	17.1	68.4
36	地胺磷	13.5	54.0
37	三硫磷	7.1	28.4
38	增效醚	9.2	36.8
39	锐劲特	9.5	38.0
40	丰索磷	12.0	48.0

41	倍硫磷砒	10.5	42.0
42	硫丹硫酸酯	8.5	34.0
43	溴磷酯	8.0	32.0
44	溴苯磷	7.8	31.2
45	苯硫磷	10.5	42.0
46	苯线磷亚砒	16.3	65.2
47	苯线磷砒	23.0	92.0
48	吡啶硫磷	20.4	81.6
49	蝇毒磷	13.7	54.8

附录 B
(资料性附录)
目标化合物的特征离子

表 B.1 按出峰顺序给出了目标化合物的中英文名字、CAS 号、出峰时间、定量离子、定性离子。

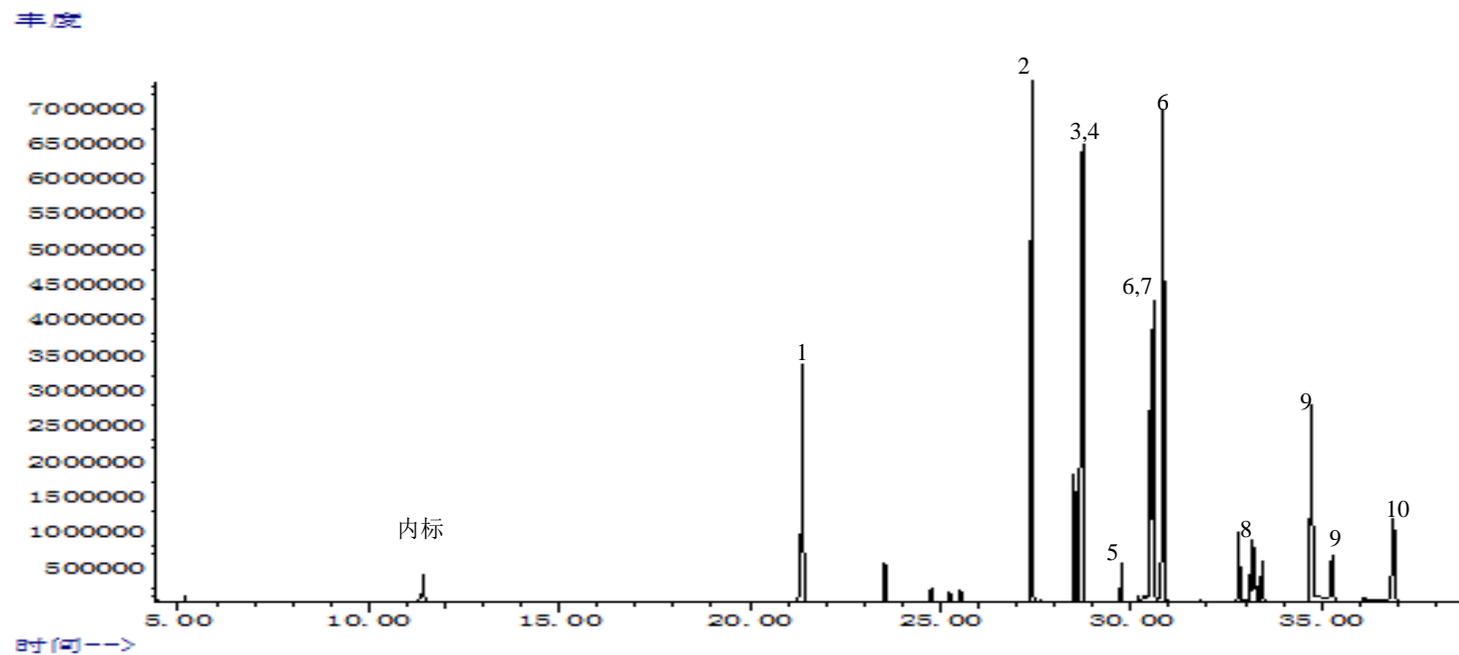
表 B.1 有机磷、菊酯类、杂环类农药的特征离子

序号	化合物	英文名称	CAS No	出峰时间(min)	定量离子	定性离子
A 组 (菊酯类农药)						
1	反式丙烯菊酯	s-bioallethrin	28434-00-6	22.04	123	136,79
2	联苯菊酯	bifenthrin	82657-04-3	28.11	181	165,166
3	胺菊酯	tetramethrin	7696-12-0	29.14;29.33	164	123,107
4	甲氰菊酯	fenpropathrin	39515-41-8	29.29	97	125,55
5	除虫菊酯	pyrethrins	8003-34-7	30.31	107	121,167,93
6	氯菊酯	permethrin	52645-53-1	31.05;31.36	183	163
7	顺式氯氟氰菊酯	L-cyhalothrin	91465-08-6	31.09	181	197,208
8	氯氰菊酯	cypermethrin	52315-07-8	33.59;33.96; 34.06;34.27	165	163,181,209
9	氰戊菊酯	fenvalerate	51630-58-1	35.74;36.38	125	167,152,225
10	溴氰菊酯	deltamethrin	52918-63-5	38.18	253	209,255
B 组 (有机磷农药及杂环类农药)						
11	敌敌畏	dichlorvos	62-73-7	7.61	109	185,220
12	速灭磷	mevinphos	7786-34-7	10.98	127	109,193,192
13	内吸磷	demeon	8065-48-3	13.41	88	89,171
14	虫线磷	thionazin	297-97-2	13.69	97	96,107,192
15	灭克磷	ethoprop	13194-48-4	13.97	158	200,139,126
16	甲拌磷	phorate	298-02-2	14.94	75	121,97,260
17	治螟磷	sulfotep	3689-24-5	15.21	322	266,238,202
18	二嗪农	diazinon	333-41-5	16.60	137	152,179,199
19	乙拌磷	disulfoton	298-04-4	17.25	88	89,97,153
20	乐果	dimethoate	60-51-5	18.77	87	93,125,143
21	皮蝇磷	ronnel	299-84-3	19.16	285	287,125,167
22	毒死蜱	chlorpyrifos	2921-88-2	20.35	197	199,314,258
23	甲基对硫磷	methyl parathion	298-00-0	20.48	109	125,263
24	毒壤磷	trichloronate	327-98-0	20.50	297	299,269,109
25	安硫磷	fomothion	2540-82-1	20.99	125	126,93,170
26	倍硫磷	fenthion	55-38-9	21.00	278	169,153,125
27	马拉硫磷	malathion	121-75-5	21.19	173	125,127,158
28	粉锈宁	Triadimefon	43121-43-3	21.84	208	181,128,210
29	对硫磷	parathion	56-38-2	21.98	291	139,155
30	育畜磷	crufomate	299-86-5	22.63	256	276,291

序号	化合物	英文名称	CAS No	出峰时间(min)	定量离子	定性离子
B 组（有机磷农药及杂环类农药）						
31	甲拌磷砒	phorate sulfone	251386	23.13	199	153,199,125,97
32	灭蚜磷	mecarbam	2595-54-2	23.28	131	159,97
33	丙硫磷	tokuthion	34643-46-4	23.39	309	267,311,162
34	脱叶亚磷	merphos	150-50-5	23.59	169	202,170,226
35	乐本松	strophos	961-11-5	23.93	329	331,109
36	地胺磷	mephosfolan	950-10-7	25.24	196	140,168,227
37	三硫磷	carbophenothion	786-19-6	26.67	157	199,342
38	增效醚	piperynyl butoxide	51-03-6	27.00	176	177,149
39	锐劲特(氟虫脞)	fipronil	120068-37-3	27.68	367	369,213,255
40	丰索磷	fensulfothion	115-90-2	27.75	293	292,156,140
41	倍硫磷砒	fenthione sulfone	3761-42-0	28.52	125	279,169,294,278
42	硫丹硫酸酯	endosulfan sulfate	1031-07-8	28.71	272	422,387,342,157
43	溴螨酯	brompropylate	18181-80-1	28.84	341	343,339,183
44	溴苯磷	leptophos	73270-49-2	29.64	377	375,171
45	苯硫磷	EPN	2104-64-5	29.76	157	169,185,141
46	苯线磷亚砒	fenamiphos sulfoxide	31972-43-7	31.01	304	303,154,288
47	苯线磷砒	fenamiphos sulfone	31972-44-8	31.45	320	292,335
48	吡唑硫磷	pyraclofos	77458-01-6	31.69	360	194,139
49	蝇毒磷	coumaphos	56-72-4	33.67	362	226,210,109

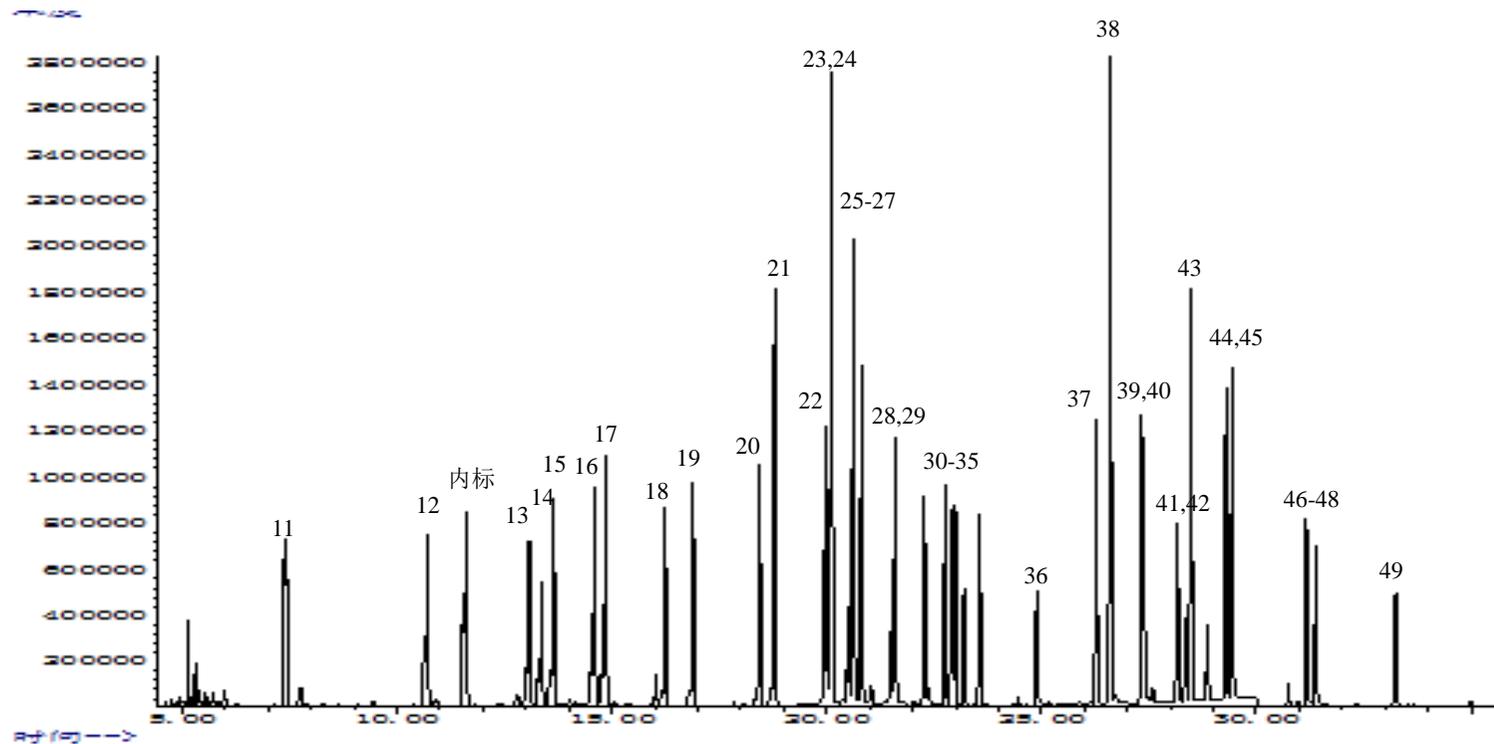
附录 C
(资料性附录)
参考谱图

按照仪器参考条件 (7.1), 使用 14% 氰丙基苯基—86% 二甲基聚硅氧烷毛细管柱分离 49 种农药的出峰顺序见图 C.1 和图 C.2。



出峰顺序: 1-反式丙烯菊酯; 2-联苯菊酯; 3,4-胺菊酯+甲氰菊酯; 5-除虫菊酯; 6-氯菊酯; 7-顺式氯氟氰菊酯; 8-氯氰菊酯; 9-氰戊菊酯; 10-溴氰菊酯。

图C.1 10种菊酯类农药总离子流图



出峰顺序：11-敌敌畏；12-速灭磷；13-内吸磷；14-虫线磷；15-灭克磷；16-甲拌磷；17-治螟磷；18-二嗪农；19-乙拌磷；20-乐果；21-皮蝇磷；22-毒死蜱；23,24-甲基对硫磷+毒壤磷；25,26,27-安硫磷+倍硫磷+马拉硫磷；28,29-粉锈宁+对硫磷；30,31,32,33,34,35-育畜磷+甲拌磷+灭蚜磷+丙硫磷+脱叶亚磷+乐本松；36-地胺磷；37-三硫磷；38-增效醚；39,40-锐劲特+丰索磷；41-倍硫磷砒；42-硫丹硫酸酯；43-溴螨酯；44,45-溴苯磷+苯硫磷；46,47,48-苯线磷亚砒+苯线磷砒+吡啶硫磷；49-蝇毒磷。

图 C.2 39 种有机磷农药及杂环类农药总离子流图

序号	化合物	平均值 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重现性r (mg/kg)	再现性R (mg/kg)
17	治螟磷	4.55	1.21~4.62	5.99	0.343	0.824
		0.921	4.28~10.0	7.85	0.172	0.256
18	二嗪农	4.52	0.79~4.17	6.08	0.283	0.811
		0.949	3.99~8.77	7.80	0.157	0.252
19	乙拌磷	4.12	1.77~4.36	6.55	0.365	0.825
		0.818	3.63~10.0	11.7	0.144	0.297
20	乐果	4.95	1.44~4.98	7.03	0.423	1.05
		1.11	6.29~9.80	18.7	0.250	0.627
21	皮蝇磷	4.46	2.38~5.33	5.14	0.448	0.760
		0.924	3.89~9.25	6.99	0.147	0.225
22	毒死蜱	4.56	0.80~4.44	7.49	0.328	1.00
		0.956	3.84~9.04	5.59	0.153	0.205
23	甲基对硫磷	4.58	1.27~3.63	5.77	0.291	0.786
		0.967	4.36~11.2	10.9	0.194	0.344
24	毒壤磷	4.59	1.61~4.62	6.08	0.382	0.855
		0.918	3.55~11.2	4.36	0.164	0.187
25	安硫磷	3.82	3.43~8.94	12.0	0.651	1.42
		0.705	10.1~30.9	26.5	0.425	0.652
26	倍硫磷	4.39	1.06~49.02	9.25	2.19	2.30
		0.926	3.34~8.56	7.40	0.134	0.228
27	马拉硫磷	4.56	0.78~4.60	5.41	0.328	0.753
		1.02	4.33~12.6	12.1	0.225	0.402
28	粉锈宁	4.65	0.82~3.75	6.45	0.320	0.889
		0.955	2.84~8.78	8.04	0.145	0.253
29	对硫磷	4.56	0.79~4.10	4.88	0.328	0.691
		0.980	3.95~10.9	10.4	0.183	0.330
30	育畜磷	4.52	1.26~4.12	11.1	0.373	1.45
		1.08	3.98~21.5	20.8	0.287	0.679
31	甲拌磷砒	4.42	0.068~4.66	11.9	0.296	1.50
		0.968	3.88~10.0	11.9	0.165	0.355
32	灭蚜磷	4.74	1.33~3.26	6.15	0.306	0.862
		1.01	4.17~9.95	12.0	0.207	0.389
33	丙硫磷	4.50	1.03~4.13	4.55	0.326	0.646
		0.938	3.13~8.69	6.24	0.144	0.210
34	脱叶亚磷	4.70	1.69~4.01	10.1	0.368	1.38
		0.915	4.99~11.3	16.0	0.195	0.447
35	乐本松	4.37	1.02~3.91	10.3	0.329	1.29
		0.987	3.02~15.6	13.4	0.218	0.421
36	地胺磷	3.90	1.37~9.61	12.6	0.674	1.51
		0.895	6.88~30.4	7.59	0.381	0.397
37	三硫磷	4.64	1.33~4.72	4.90	0.401	0.734
		0.962	3.71~10.3	10.5	0.176	0.325

序号	化合物	平均值 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重现性r (mg/kg)	再现性R (mg/kg)
38	增效醚	4.63	1.35~4.84	6.27	0.375	0.883
		1.01	3.25~17.1	11.6	0.239	0.392
39	锐进特	4.71	1.44~4.69	6.51	0.514	0.977
		1.06	4.45~14.2	16.2	0.273	0.542
40	丰索磷	4.28	0.99~7.27	24.1	0.493	2.92
		1.06	5.13~16.1	30.4	0.273	0.937
41	倍硫磷砒	4.79	1.26~4.87	5.46	0.389	0.813
		1.01	4.09~11.7	10.0	0.216	0.345
42	硫丹硫酸酯	4.47	0.85~4.40	4.33	0.314	0.613
		0.955	3.49~8.04	7.63	0.137	0.239
43	溴磷酯	4.55	0.96~4.30	8.19	0.292	1.08
		1.01	3.15~9.31	10.5	0.165	0.333
44	溴苯磷	4.65	4.24~7.34	6.24	0.700	1.03
		0.947	3.01~9.20	6.05	0.154	0.214
45	苯硫磷	4.75	1.28~3.90	5.84	0.395	0.857
		0.979	4.93~12.4	14.4	0.215	0.441
46	苯线磷亚砒	2.04	5.00~36.4	116	0.573	6.63
		0.602	7.97~39.2	64.5	0.429	1.16
47	苯线磷砒	4.34	2.74~10.9	6.37	0.652	0.976
		1.01	7.33~29.0	21.7	0.416	0.723
48	吡啶硫磷	4.94	0.83~9.10	5.72	0.630	0.978
		1.12	3.88~27.6	19.8	0.347	0.696
49	蝇毒磷	5.06	0.48~3.63	9.53	0.333	1.38
		1.11	5.05~17.6	9.63	0.304	0.408

表 D.2 固体废物浸出液方法的精密度

序号	化合物	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重现性r ($\mu\text{g/L}$)	再现性R ($\mu\text{g/L}$)
1	反式丙烯菊酯	20.2	3.29~10.5	13.6	4.47	8.74
		96.7	1.68~4.29	11.1	8.64	31.1
2	联苯菊酯	18.4	7.84~10.6	8.06	4.92	6.12
		91.5	2.97~3.68	12.6	8.70	33.1
3	胺菊酯	20.7	8.24~11.4	12.8	5.54	8.98
		98.2	1.16~3.87	12.1	8.55	34.3
4	甲氰菊酯	17.8	7.70~11.0	5.95	4.43	5.02
		91.6	2.46~3.75	10.7	8.42	28.6
5	除虫菊酯	23.8	10.5~18.7	30.1	9.01	21.7
		104	1.69~4.70	6.31	9.82	20.4
6	氯菊酯	18.4	7.59~22.4	9.87	5.74	7.30
		91.5	1.99~4.07	10.9	8.39	28.8
7	顺式氯氟氰菊酯	18.4	7.86~14.8	8.21	5.14	6.31
		93.9	2.77~3.56	12.8	8.65	34.5
8	氰菊酯	19.1	2.97~14.0	18.4	6.44	11.5
		92.8	1.70~4.68	8.08	8.83	22.5
9	氰戊菊酯	18.1	8.93~21.5	12.3	6.11	8.35
		89.1	0.759~7.16	7.56	11.6	21.6
10	溴氰菊酯	18.4	7.29~14.1	12.2	5.48	8.01
		87.9	1.51~6.05	11.2	10.4	29.1
11	敌敌畏	15.9	11.0~18.1	11.5	6.92	8.15
		87.2	1.72~3.25	10.0	6.98	25.3
12	速灭磷	18.6	10.0~19.7	13.3	7.29	9.60
		94.0	2.21~3.95	7.30	9.20	21.0
13	内吸磷	16.3	10.9~22.3	15.4	6.82	9.36
		72.8	4.53~13.9	9.14	22.1	27.5
14	虫线磷	17.9	9.53~14.6	9.33	5.50	6.85
		92.7	0.822~4.81	7.40	8.70	20.8
15	灭克磷	18.3	9.51~14.3	10.8	5.69	7.60
		93.3	0.800~3.88	7.32	8.35	20.6
16	甲拌磷	17.8	9.56~11.8	10.5	5.71	7.39
		88.6	1.47~3.72	6.02	7.54	16.4
17	治螟磷	18.5	9.22~14.6	11.5	5.47	7.75
		93.3	1.97~3.87	7.78	8.56	21.8
18	二嗪农	18.9	8.73~13.8	10.7	5.26	7.41
		92.8	1.98~3.11	7.58	6.96	20.7

序号	化合物	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重现性r ($\mu\text{g/L}$)	再现性R ($\mu\text{g/L}$)
19	乙拌磷	15.7	1.54~15.0	11.4	5.00	6.78
		71.9	4.27~14.6	4.31	20.6	20.7
20	乐果	19.5	8.35~15.9	14.4	6.26	9.69
		92.2	1.54~4.57	5.85	9.05	17.2
21	皮蝇磷	18.5	8.65~12.9	10.2	5.08	7.01
		93.4	1.14~3.95	6.84	8.82	19.6
22	毒死蜱	19.1	7.93~13.0	9.69	5.15	6.99
		94.5	1.61~4.14	7.75	8.30	21.9
23	甲基对硫磷	19.0	8.71~16.6	14.2	6.06	9.38
		93.5	2.04~4.27	7.36	8.33	20.7
24	毒壤磷	18.6	7.72~12.1	8.92	4.77	6.36
		93.8	1.12~4.69	8.01	9.28	22.7
25	安硫磷	20.0	8.59~17.1	18.2	6.55	11.8
		96.3	1.56~5.75	9.35	11.7	27.4
26	倍硫磷	18.5	8.30~12.7	11.2	4.92	7.34
		90.7	1.89~4.52	7.31	8.22	20.0
27	马拉硫磷	19.8	8.36~19.4	16.7	6.28	10.9
		94.8	2.17~4.20	7.80	7.34	21.7
28	粉锈宁	19.3	8.05~12.7	11.9	4.99	7.87
		96.8	1.38~4.74	9.90	9.16	28.1
29	对硫磷	19.6	8.88~15.4	14.8	5.84	9.75
		94.3	2.06~4.73	6.32	7.93	18.2
30	育畜磷	21.9	8.78~27.1	20.6	9.91	15.5
		101	2.57~4.06	7.10	10.5	22.2
31	甲拌磷砒	19.2	7.98~14.9	13.9	5.54	9.02
		94.6	2.03~7.95	8.49	11.7	24.9
32	灭蚜磷	19.3	8.06~14.4	14.1	5.41	9.11
		96.0	0.887~4.75	8.38	9.35	24.1
33	丙硫磷	18.9	8.23~13.0	10.5	4.95	7.16
		94.6	1.48~4.75	7.11	7.62	20.1
34	脱叶亚磷	18.4	9.30~15.2	15.2	5.66	9.37
		92.6	1.49~5.78	11.6	9.24	31.2
35	乐本松	20.5	8.67~25.6	15.2	9.17	12.1
		95.9	3.65~6.79	8.67	12.7	26.0
36	地胺磷	20.5	9.08~23.5	20.9	8.30	14.2
		102	2.53~4.61	5.54	10.4	18.4
37	三硫磷	19.1	6.30~14.1	12.4	5.36	8.25
		96.2	1.26~4.71	8.29	9.48	24.0
38	增效醚	19.9	8.43~19.6	16.6	6.38	10.9
		94.6	2.49~4.72	8.52	9.52	24.2

序号	化合物	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重现性r ($\mu\text{g/L}$)	再现性R ($\mu\text{g/L}$)
39	锐进特	20.5	9.20~17.5	20.3	6.55	13.1
		98.0	3.77~4.52	9.00	10.5	26.5
40	丰索磷	16.5	6.45~17.2	49.1	7.39	23.7
		86.2	1.79~5.31	26.9	7.44	65.2
41	倍硫磷砒	19.5	8.23~15.7	13.3	6.40	9.33
		97.8	1.99~8.11	8.37	12.7	25.7
42	硫丹硫酸酯	18.9	7.98~14.5	9.93	5.44	7.22
		92.7	1.43~4.13	12.4	6.89	32.8
43	溴磷酯	19.8	8.30~14.1	12.7	5.69	8.73
		96.6	1.69~3.97	8.39	7.02	23.6
44	溴苯磷	19.0	8.50~13.8	10.9	5.41	7.60
		95.5	2.25~4.90	6.85	10.4	20.6
45	苯硫磷	19.2	6.16~16.7	14.5	6.22	9.64
		96.3	1.14~4.35	7.13	8.19	20.6
46	苯线磷亚砒	19.3	13.2~24.9	10.3	9.65	10.4
		83.5	2.24~11.5	50.8	25.9	121
47	苯线磷砒	22.9	9.05~35.5	25.2	12.3	19.7
		101	1.93~5.77	5.53	12.0	19.2
48	吡啶硫磷	22.8	9.70~30.9	21.3	11.5	17.2
		104	2.01~5.36	6.74	12.9	22.9
49	蝇毒磷	22.5	9.28~18.5	12.6	7.95	10.8
		105	1.58~4.09	4.73	8.56	15.9

表 D.3 固体废物方法的准确度

序号	化合物	加标浓度 (mg/kg)	$\overline{P}(\%)$	$S_{\overline{P}}$	$\overline{P}\% \pm 2S_{\overline{P}}$
1	反式丙烯菊酯	5.00	85.0	3.9	85.0±7.6
		1.00	94.6	9.1	94.6±8.2
2	联苯菊酯	5.00	81.3	5.1	81.3±10.2
		1.00	83.7	6.0	83.7±12.0
3	胺菊酯	5.00	88.4	17.7	88.4±35.4
		1.00	98.9	22.7	98.9±45.4
4	甲氧菊酯	5.00	81.4	3.8	81.4±7.6
		1.00	82.8	9.5	82.8±9.0
5	除虫菊酯	5.00	89.2	3.8	89.2±7.6
		1.00	120.6	19.9	120.6±39.8
6	氯菊酯	5.00	81.1	6.3	81.1±12.6
		1.00	86.5	15.1	86.5±30.2
7	顺式氯氟氰菊酯	5.00	81.3	4.7	81.3±9.4
		1.00	86.2	8.0	86.2±16.0
8	氯氰菊酯	5.00	82.9	5.0	82.9±10.0
		1.00	99.7	15.2	99.7±30.4
9	氰戊菊酯	5.00	79.6	6.3	79.6±12.6
		1.00	90.3	6.8	90.3±13.6
10	溴氰菊酯	5.00	82.7	6.0	82.7±12.0
		1.00	95.8	14.3	95.8±28.6
11	敌敌畏	5.00	62.3	5.8	62.3±11.6
		1.00	63.7	7.2	63.7±14.4
12	速灭磷	5.00	76.6	5.1	76.6±10.2
		1.00	79.8	10.1	79.8±20.2
13	内吸磷	5.00	72.0	6.8	72±13.6
		1.00	68.4	14.2	68.4±28.4
14	虫线磷	5.00	79.2	6.0	79.2±12.0
		1.00	77.9	6.9	77.9±13.8
15	灭克磷	5.00	78.4	6.5	78.4±13.0
		1.00	79.2	8.1	79.2±16.2
16	甲拌磷	5.00	75.8	4.8	75.8±9.6
		1.00	75.3	7.7	75.3±15.4
17	治螟磷	5.00	78.7	5.4	78.7±10.8
		1.00	79.1	7.2	79.1±14.4
18	二嗪农	5.00	78.1	5.5	78.1±11.0
		1.00	81.5	7.4	81.5±14.8

序号	化合物	加标浓度 (mg/kg)	$\overline{P(\%)}$	S_P	$\overline{P\%} \pm 2S_P$
19	乙拌磷	5.00	71.3	5.4	71.3±10.8
		1.00	70.2	9.5	70.2±19.0
20	乐果	5.00	85.5	6.9	85.5±13.8
		1.00	95.7	20.9	95.7±41.8
21	皮蝇磷	5.00	77.1	4.6	77.1±9.2
		1.00	79.4	6.5	79.4±13.0
22	毒死蜱	5.00	79.2	6.4	79.2±12.8
		1.00	82.0	5.3	82.0±10.6
23	甲基对硫磷	5.00	79.2	5.3	79.2±10.6
		1.00	83.0	10.6	83.0±21.2
24	毒壤磷	5.00	79.3	5.6	79.3±11.2
		1.00	78.8	4.0	78.8±8.0
25	安硫磷	5.00	66.1	9.2	66.1±18.4
		1.00	60.6	18.7	60.6±37.4
26	倍硫磷	5.00	76.0	8.2	76.0±16.4
		1.00	79.5	6.9	79.5±13.6
27	马拉硫磷	5.00	78.9	5.0	78.9±10.0
		1.00	87.6	12.4	87.6±24.8
28	粉锈宁	5.00	80.4	6.0	80.4±12.0
		1.00	82.0	7.7	82.0±15.4
29	对硫磷	5.00	78.8	4.5	78.8±9.0
		1.00	84.1	10.1	84.1±20.2
30	育畜磷	5.00	78.2	10.1	78.2±20.2
		1.00	92.4	22.4	92.4±44.8
31	甲拌磷砒	5.00	75.9	9.8	75.9±19.6
		1.00	83.1	11.5	83.1±23.0
32	灭蚜磷	5.00	81.9	5.8	81.9±11.6
		1.00	87.1	12.1	87.1±24.2
33	丙硫磷	5.00	77.9	4.1	77.9±8.2
		1.00	80.6	5.9	80.6±11.6
34	脱叶亚磷	5.00	81.1	9.4	81.1±18.8
		1.00	78.6	14.6	78.6±29.2
35	乐本松	5.00	75.7	9.0	75.7±18.0
		1.00	84.8	13.2	84.8±26.4
36	地胺磷	5.00	67.5	9.8	67.5±19.6
		1.00	76.9	6.8	76.9±13.6
37	三硫磷	5.00	80.3	4.6	80.3±9.2
		1.00	82.6	10.1	82.6±20.2
38	增效醚	5.00	80.1	5.7	80.1±11.4
		1.00	86.4	11.6	86.4±23.2

序号	化合物	加标浓度 (mg/kg)	$\overline{P}(\%)$	$S_{\overline{P}}$	$\overline{P}\% \pm 2S_{\overline{P}}$
39	锐进特	5.00	81.4	6.2	81.4±12.4
		1.00	90.8	17.2	90.8±34.4
40	丰索磷	5.00	74.0	20.6	74.0±41.2
		1.00	91.2	32.3	91.2±64.6
41	倍硫磷砒	5.00	82.8	5.2	82.8±10.4
		1.00	86.9	10.1	86.9±20.2
42	硫丹硫酸酯	5.00	77.2	3.9	77.2±7.8
		1.00	82.0	7.3	82.0±14.6
43	溴螨酯	5.00	78.6	7.4	78.6±14.8
		1.00	86.6	10.6	86.6±21.2
44	溴苯磷	5.00	80.4	5.8	80.4±11.6
		1.00	81.3	5.7	81.3±11.4
45	苯硫磷	5.00	82.2	5.6	82.2±11.2
		1.00	84.1	14.2	84.1±28.4
46	苯线磷亚砒	5.00	35.7	47.3	35.7±94.6
		1.00	51.8	38.8	51.8±77.6
47	苯线磷砒	5.00	75.1	5.6	75.1±11.2
		1.00	86.9	22.0	86.9±44.0
48	吡啶硫磷	5.00	85.5	5.8	85.5±11.6
		1.00	95.9	22.1	95.9±44.2
49	蝇毒磷	5.00	87.4	9.7	87.4±19.4
		1.00	95.1	10.7	95.1±21.4

表 D.4 固体废物浸出液方法的准确度

序号	化合物	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	$\overline{P}(\%)$	$S_{\overline{P}}$	$\overline{P}\% \pm 2S_{\overline{P}}$
1	反式丙烯菊酯	20	89.8	14.0	89.8 \pm 28.0
		100	97.1	10.7	97.1 \pm 21.4
2	联苯菊酯	20	81.6	7.4	81.6 \pm 14.8
		100	92.7	11.5	92.7 \pm 23.0
3	胺菊酯	20	91.7	13.2	91.7 \pm 26.4
		100	99.4	9.8	99.4 \pm 19.6
4	甲氰菊酯	20	79.2	5.3	79.2 \pm 10.6
		100	94.5	6.4	94.5 \pm 12.8
5	除虫菊酯	20	105	35.9	105 \pm 71.8
		100	103	6.5	103 \pm 3.0
6	氯菊酯	20	81.9	9.2	81.9 \pm 18.4
		100	92.7	9.9	92.7 \pm 19.8
7	顺式氯氟氰菊酯	20	81.6	7.7	81.6 \pm 15.4
		100	94.8	12.0	94.8 \pm 24.0
8	氯氰菊酯	20	84.7	17.6	84.7 \pm 35.2
		100	93.8	7.5	93.8 \pm 15.0
9	氰戊菊酯	20	80.2	11.1	80.2 \pm 22.2
		100	90.7	6.7	90.7 \pm 13.4
10	溴氰菊酯	20	81.6	11.3	81.6 \pm 22.6
		100	89.6	9.8	89.6 \pm 19.6
11	敌敌畏	20	70.4	8.5	70.4 \pm 7.0
		100	89.0	8.8	89.0 \pm 17.6
12	速灭磷	20	82.7	12.4	82.7 \pm 24.8
		100	94.8	6.9	94.8 \pm 13.8
13	内吸磷	20	72.5	12.5	72.5 \pm 25.0
		100	76.7	6.7	76.7 \pm 13.4
14	虫线磷	20	79.4	8.3	79.4 \pm 16.6
		100	93.7	6.9	93.7 \pm 13.8
15	灭克磷	20	81.5	10.0	81.5 \pm 20.0
		100	94.2	6.8	94.2 \pm 13.6
16	甲拌磷	20	79.0	9.4	79.0 \pm 18.8
		100	90.2	5.3	90.2 \pm 10.6
17	治螟磷	20	82.1	10.8	82.1 \pm 21.6
		100	94.3	7.3	94.3 \pm 14.6
18	二嗪农	20	83.8	10.3	83.8 \pm 20.6
		100	93.2	6.2	93.2 \pm 12.4

序号	化合物	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	$\overline{P(\%)}$	$S_{\overline{P}}$	$\overline{P\%} \pm 2S_{\overline{P}}$
19	乙拌磷	20	70.2	8.9	70.2 \pm 17.8
		100	76.0	3.0	76.0 \pm 6.0
20	乐果	20	86.4	14.1	86.4 \pm 28.2
		100	93.3	5.4	93.3 \pm 10.8
21	皮蝇磷	20	82.1	9.5	82.1 \pm 19.0
		100	94.3	6.4	94.3 \pm 12.8
22	毒死蜱	20	84.8	9.5	84.8 \pm 19.0
		100	95.3	7.3	95.3 \pm 14.6
23	甲基对硫磷	20	84.4	13.6	84.4 \pm 27.2
		100	94.4	6.9	94.4 \pm 13.8
24	毒壤磷	20	82.4	8.4	82.4 \pm 16.8
		100	94.6	7.5	94.6 \pm 15.0
25	安硫磷	20	88.4	18.1	88.4 \pm 36.2
		100	96.8	9.0	96.8 \pm 18.0
26	倍硫磷	20	82.3	10.5	82.3 \pm 21.0
		100	92.1	6.6	92.1 \pm 13.2
27	马拉硫磷	20	87.8	16.6	87.8 \pm 33.2
		100	95.5	7.4	95.5 \pm 14.8
28	粉锈宁	20	85.5	11.6	85.5 \pm 23.2
		100	97.3	9.6	97.3 \pm 19.2
29	对硫磷	20	87.1	14.7	87.1 \pm 29.4
		100	95.1	6.0	95.1 \pm 12.0
30	育畜磷	20	96.9	22.7	96.9 \pm 45.4
		100	101	7.1	101 \pm 14.2
31	甲拌磷砒	20	85.1	13.5	85.1 \pm 27.0
		100	95.4	8.0	95.4 \pm 16.0
32	灭蚜磷	20	85.7	13.7	85.7 \pm 27.4
		100	96.5	8.0	96.5 \pm 16.0
33	丙硫磷	20	83.9	10.1	83.9 \pm 20.2
		100	95.4	6.8	95.4 \pm 13.6
34	脱叶亚磷	20	81.8	14.0	81.8 \pm 28.0
		100	93.6	10.7	93.6 \pm 21.4
35	乐本松	20	90.8	15.8	90.8 \pm 31.6
		100	95.2	9.2	95.2 \pm 18.4
36	地胺磷	20	85.5	19.4	85.5 \pm 38.8
		100	101	5.6	101 \pm 11.2
37	三硫磷	20	84.6	11.9	84.6 \pm 23.8
		100	96.7	8.0	96.7 \pm 16.0
38	增效醚	20	88.2	16.7	88.2 \pm 33.4
		100	95.4	8.1	95.4 \pm 16.2

序号	化合物	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	$\overline{P}(\%)$	$S_{\overline{P}}$	$\overline{P}\% \pm 2S_{\overline{P}}$
39	锐进特	20	91.0	21.1	91.0 \pm 42.2
		100	98.3	8.8	98.3 \pm 17.6
40	丰索磷	20	84.5	32.8	84.5 \pm 65.6
		100	88.2	23.2	88.2 \pm 46.4
41	倍硫磷砒	20	86.6	13.2	86.6 \pm 26.4
		100	98.1	8.2	98.1 \pm 16.4
42	硫丹硫酸酯	20	83.8	9.4	83.8 \pm 18.8
		100	93.7	11.5	93.7 \pm 23.0
43	溴螨酯	20	87.9	12.7	87.9 \pm 25.4
		100	97.1	8.1	97.1 \pm 16.2
44	溴苯磷	20	84.4	10.4	84.4 \pm 20.8
		100	96.1	6.5	96.1 \pm 13.0
45	苯硫磷	20	85.3	13.9	85.3 \pm 27.8
		100	96.9	6.9	96.9 \pm 13.8
46	苯线磷亚砒	20	85.7	10.0	85.7 \pm 20.0
		100	100	14.7	100 \pm 29.4
47	苯线磷砒	20	101	28.9	101 \pm 57.8
		100	101	5.6	101 \pm 11.2
48	吡啶硫磷	20	101	24.3	101 \pm 48.6
		100	104	7.0	104 \pm 14.0
49	蝇毒磷	20	99.6	14.3	99.6 \pm 28.6
		100	104	5.0	104 \pm 10.0